

②

Japanese Patent Laid-Open No. 135776/1982

Laid-Open Date: August 21, 1982

Application Date: February 12, 1981

Applicant: NGK Spark Plug Co., Ltd.

Title:

METHOD OF MANUFACTURING SINTERED SiC PRODUCT

Abridgment of the Specification:

This invention concerns a method of manufacturing a sintered SiC product having a remarkably high tensile strength in a predetermined direction and provides a method of manufacturing an sintered SiC product which comprises arranging SiC fibers substantially in parallel with 1 plane or 1 linear line, molding them with addition of a carbon-containing binder and thermally decomposing them in a non-oxidative atmosphere thereby impregnating molten metal silicon to form the entire portion as SiC. This is one of reaction sintering methods of SiC and since SiC fibers are arranged substantially in parallel, it has remarkably high tensile strength in the extending direction of the fibers and, since a small amount of metal silicon remains, the toughness is large. The SiC fibers are fibers comprising α - or β -type silicon carbide, which may be formed by siliciding carbon fibers in silicon vapors or which may be whiskers or

other commercially available SiC fibers (Nikaron,
trade name of products manufactured by Nippon Carbon
Co.).

2

⑨ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭57—135776

⑤ Int. Cl.³
C 04 B 35/56
35/80
41/04

識別記号
1 0 1

庁内整理番号
7412—4G
7412—4G
8216—4G

⑬ 公開 昭和57年(1982)8月21日

発明の数 1
審査請求 未請求

(全 4 頁)

⑭ SiC焼結体の製造法

名古屋市瑞穂区高辻町14番18号
日本特殊陶業株式会社内
⑦出願人 日本特殊陶業株式会社
名古屋市瑞穂区高辻町14番18号

①特 願 昭56—19399
②出 願 昭56(1981)2月12日
⑦発明者 西尾信二

明 細 書

1. 発明の名称

SiC焼結体の製造法

2. 特許請求の範囲

- (1) SiC繊維に、炭素を含有する結合剤を加えて成形し、非酸化性雰囲気中にて結合剤を熱分解し、溶融金属珪素を滲透して全体をSiCとすることを特徴とするSiC焼結体の製造法。
- (2) SiC繊維が/平面に実質的に平行に配列した特許請求の範囲第1項記載のSiC焼結体の製造法。
- (3) SiC繊維が/直線に実質的に平行に配列した特許請求の範囲第1項記載のSiC焼結体の製造法。
- (4) 炭素を含有する結合剤が有機質の樹脂である特許請求の範囲第1項記載のSiC焼結体の製造法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は特定な方向にすぐれた抗張力を有す

る炭化珪素焼結体の製造法に関する。

炭化珪素焼結体は低熱膨脹性で、機械強度や熱伝導が大きく、耐酸化性も良好なことから、発熱体やエンジン部品その他の耐熱構造材料として、最近広範な用途が開けてきた材質であるが、金属に比べ靱性が乏しく、特に抗張力が弱いという難点があつた。

本発明はこれを改良し、特定方向に著しく強い抗張力をもつSiC焼結体の製造法に関するもので、SiC繊維を/平面または/直線に実質的に//平行に配列し、炭素を含有する結合剤を加えて成形し、非酸化性雰囲気中にて熱分解し溶融金属珪素を滲透せしめて全体をSiCとすることを特徴とするSiC焼結体の製造法を提供するもので、SiCの反応焼結法の/一種であるが、SiC繊維が実質的に平行に配合されているため繊維の伸長方向に、著しく強い抗張力を有し、また少量の金属珪素が残留するため、靱性の大きいものである。こゝでSiC繊維はα型または/型の炭化珪素よりなる繊維で、炭素繊維を

C

珪素蒸気中で珪化してもよく、ホイスカーやその他市販のSiC繊維（日本カーボン社製商品名ニカロン）等でもよい。次にこれを成形するには、SiC繊維を一平面上に不特定方向に配置し結合すれば曲げや引張り応力に強い薄板が得られ、放射状に配置すれば、半径方向の引張り応力即ち遠心力に特に強い薄板や羽根車が得られ、円筒状や角筒状物の側面に捲回して結合すれば内部で燃焼反応を起した時も、燃焼による気体の応力や熱歪に著しく強い円筒や角筒を得ることができる。また、直線に平行に配置し結合すればその方向に特に強度のある線状体を得られこれを円形、コイル状等に加工すればリングや耐熱性コイルスプリング等に適したものとなり従来のSiC焼結体に比し著しく靱性の大きいものとなる。

次に炭素を含有する結合剤は、粘着性と炭素が含まれることが必要で、ピッチ、タール、脂肪酸、他特に熱可塑性または熱硬化性樹脂等が有効に利用できる。これらはSiC繊維と混練

しながら配列してもよく、またはSiC繊維を配列後液状の結合剤に振動を加えながら、滲透せしめてもよく、何れの方法でも繊維の空隙を十分に埋めることが必要でこれが不十分ならばそれに応じて焼結も不十分となり、強度を低下するものである。

次にこれを熱分解して炭素を残留するには、非酸化性雰囲気、具体的には真空、水素、アルゴン、窒素等の雰囲気でもよい。この時の分解残留炭素はSiCの空隙を多孔質で活性の高い炭素の形で埋め、熔融金属珪素の滲透を毛细管現象によつて容易にし、1500℃付近で十分反応焼結を起す。これにより、反応焼結SiCで結合したSiC繊維の焼結体を得られると共に少量の珪素が残留するから、繊維の方向に著しく抗張力の大きく且つ靱性の高いものとなる。また炭化珪素は炭素繊維よりも、耐酸化性が大で、種々燃焼機器に利用できる高強度部品となる。

以下実施例により一そう具体的に説明するが本発明はこれにより拘束されるものではない。

実施例1

市販のSiC繊維（商品名「ニカロン」日本カーボンKK製）をメタクリル酸イソブチルエステル、ニトロセルローズ、ジオクチルフタレートの混合物に少量のトリクロールエチレンを加えた液に浸漬したのち、平行に堆積し、加圧して厚さ2mm×巾10mm×長さ100mmのテストピースを作成し乾燥後、N₂雰囲気中で500℃に3時間加熱して有機物の結合剤を熱分解し、SiC繊維を炭素で結合した物体を製作し、次にアルミナ製のサヤの中に金属珪素の粉末とこのテストピースを入れ、1500℃に真空中で昇温せしめ、金属珪素を熔融せしめると共に焼結体中に滲透させ、反応焼結を完了した。これをA1とする。次にポリウレタン樹脂の代りにピッチを用いる以外A1を同様にして製作しA2とした。また従来の周知の反応焼結法によりA1と同形状のテストピースを作成しA3Rとした。これらの特性を表1に示す。表1より、本発明のSiC焼結体は長さ方向の抗張力が従来の反応焼

結SiCに比し、7割以上大きく、抗折力^{が約4割}も大きかつた。これは耐熱構造材料として利用範囲を拡大できるものである。

第 1 表

	長さ方向の抗張力 (kg/mm ²)	抗折力 (kg/mm ²)
A1	27	39
A2	26	41
A3R	15	28

実施例2

市販のSiC繊維を一平面上に平行に1mmの厚さに並べ、炭素粉末を混ぜたタールを含浸させた後、上記繊維と直角方向に1mmの厚さに並べ同じく炭素粉末を混ぜたタールを含浸させ、プレスして厚さ2mmの平板とし、直径60mmの円板に切断した後は、実施例1のA2と同様にして反応焼結SiCとしA4とした。また別に従来の反応焼結法により、同形状の円板を得、これ

を $\Delta 5R$ これの側面図を第1図に示す如くピストンの上面に設置した。図中1はアルミニウム合金製ピストン、2はSiC焼結体である。これを気筒容積1200ccの内燃機関に取付け100時間運転したところ、 $\Delta 5R$ は5個中4個破損したが、 $\Delta 6$ は5個中1個も破損を起さなかつた。

実施例3

市販のSiC繊維を溶融ピッチに浸漬し、直径100mmの円筒の側面に捲回し、厚さ3mmとし、冷却して、内径100mm、外径106mm、長さ300mmの円筒を成形した。この後、実施例2と同条件にて反応焼結SiCとし、 $\Delta 6$ とする。次に従来の周知の反応焼結法にて同形状の円筒を製作し、 $\Delta 7R$ とした。これの内部にて都市ガスを燃焼させ、内部温度を3分で600℃、700℃、800℃、900℃と上昇させるテストを行った処 $\Delta 7R$ は600℃の時に破損したのに対し、 $\Delta 6$ は900℃迄上昇させても破損せず、急熱に著しく強いことが判つた。

実施例4

特開昭57-135776(3)

市販のSiC繊維を直径3mmのひも状にし、糖液に浸して半乾燥状態にし、直径50mmの円筒の表面にピッチ10mmのらせん状に捲回して軸方向の長さ100mmのコイルスプリングとし、実施例2と同様にして、反応焼結SiCとし $\Delta 8$ とした。また、従来の反応焼結法にて同形状のSiCコイルスプリングを製作し $\Delta 9R$ とし

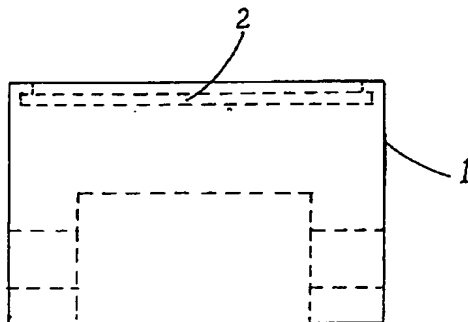
1000℃の炉中で軸方向に圧縮し破壊に至る迄の弾性変形量を調べたが、 $\Delta 9R$ は3mm変形できるのに対して本発明の $\Delta 8$ は9mm変形でき、スプリングとして利用価値を大きく改善できた

以上の如く本発明によるSiC焼結体は特定方向に抗張力大きく、振動衝撃に強く、熱衝撃にも強く弾性変形も大きくでき強靱で産業上利用価値の大きい耐熱部品の製造法を提供できるものである。

図面の簡単な説明

第1図は本発明の実施例2の試料 $\Delta 4$ のSiC焼結体を装層したピストンの側面図。

第1図



手続補正書 (自発)

昭和57年 3月 3日

特許庁長官 島田 春樹 殿

1. 事件の表示

昭和56年特許願 第19399号

2. 発明の名称

SiC焼結体の製造法

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

郵便番号 467-91

名古屋市瑞穂区高辻町14番18号

(454) 日本特殊陶業株式会社

代表者 小川 修次

(電話<052>364-4821)

(電報先 東京電報所508-1331)



4. 補正の対象

明細 中、発明の詳細な説明の欄。

5. 補正の内容

別紙の通り

1. 明細 第2頁第2行目中、

「低熱膨脹性で、」を「低熱膨脹性で、」に訂正します。

以 上